

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re application of: **Kenichi FUJITA**

Group Art Unit: **Not Yet Assigned**

Serial No.: **Not Yet Assigned**

Examiner: **Not Yet Assigned**

Filed: **September 12, 2003**

For: **HEAT RADIATION SHIELDING COMPONENT DISPERSION, PROCESS FOR ITS PREPARATION AND HEAT RADIATION SHIELDING FILM FORMING COATING LIQUID, HEAT RADIATION SHIELDING FILM AND HEAT RADIATION SHIELDING RESIN FORM WHICH ARE OBTAINED USING THE DISPERSION**

CLAIM FOR PRIORITY UNDER 35 U.S.C. 119

Commissioner for Patents
P.O. Box 1450
Alexandria, VA 22313-1450

Date: September 12, 2003

Sir:

The benefit of the filing dates of the following prior foreign applications are hereby requested for the above-identified application, and the priority provided in 35 U.S.C. 119 is hereby claimed:

Japanese Appln. No. 2002-279037, filed September 25, 2002

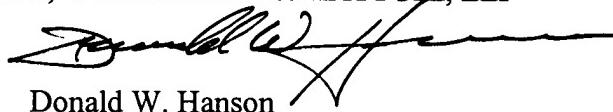
Japanese Appln. No. 2003-200275, filed July 23, 2003

In support of this claim, the requisite certified copies of said original foreign applications are filed herewith.

It is requested that the file of this application be marked to indicate that the applicant has complied with the requirements of 35 U.S.C. 119 and that the Patent and Trademark Office kindly acknowledge receipt of said certified copies.

In the event that any fees are due in connection with this paper, please charge our Deposit
Account No. 01-2340.

Respectfully submitted,
ARMSTRONG, WESTERMAN & HATTORI, LLP



Donald W. Hanson
Attorney for Applicant
Reg. No. 27,133

DWH/jaz
Atty. Docket No. **031043**
Suite 1000
1725 K Street, N.W.
Washington, D.C. 20006
(202) 659-2930



23850
PATENT TRADEMARK OFFICE

(Translation of the first page of the Certified Copy)

PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT

This is to certify that the annexed is a true copy of
the following Application as filed with this office.

Date of Application: September 25, 2002

Application Number: Patent Application No. 2002-279037

Applicant: SUMITOMO METAL MINING Co., Ltd.

June 4, 2003

Commissioner
Patent Office
Shinichiro OTA (Sealed)
Issuance No.

日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出願年月日

Date of Application:

2002年 9月25日

出願番号

Application Number:

特願2002-279037

[ST.10/C]:

[JP2002-279037]

出願人

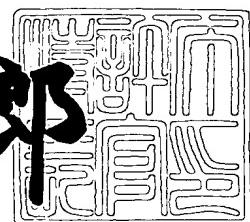
Applicant(s):

住友金属鉱山株式会社

2003年 6月 4日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

太田 信一郎



出証番号 出証特2003-3043490

【書類名】 特許願
 【整理番号】 S020264P
 【提出日】 平成14年 9月25日
 【あて先】 特許庁長官殿
 【国際特許分類】 G02B 5/02
 G02B 5/22

【発明者】

【住所又は居所】 千葉県市川市中国分3丁目18番5号 住友金属鉱山株式会社 中央研究所内

【氏名】 藤田 賢一

【特許出願人】

【識別番号】 000183303

【住所又は居所】 東京都港区新橋5丁目11番3号

【氏名又は名称】 住友金属鉱山株式会社

【代表者】 福島 孝一

【代理人】

【識別番号】 100095223

【住所又は居所】 東京都豊島区東池袋1丁目48番10号 25山京ビル
901号

【弁理士】

【氏名又は名称】 上田 章三

【電話番号】 03(3971)8758

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 017455

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9108811

特2002-279037

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 热線遮蔽材分散体とその製造方法およびこの分散体を用いて得られる热線遮蔽膜形成用塗布液と热線遮蔽膜並びに热線遮蔽樹脂成形体

【特許請求の範囲】

【請求項1】

热線遮蔽製品を製造するために使用される热線遮蔽材分散体において、
6ホウ化物($X\text{B}_6$, 但し、Xは、Y、La、Ce、Pr、Nd、Sm、Eu
、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Lu、SrおよびCaから選択
される少なくとも1種以上)とこの6ホウ化物を分散させる高分子系分散剤とを
主成分とし、かつ、热線遮蔽材である6ホウ化物に対する高分子系分散剤の配合
割合が、6ホウ化物1重量部に対し高分子系分散剤0.3重量部以上50重量部
未満であることを特徴とする热線遮蔽材分散体。

【請求項2】

上記6ホウ化物が、平均粒径1000nm以下の微粒子であることを特徴とする
請求項1記載の热線遮蔽材分散体。

【請求項3】

上記高分子系分散剤が、ポリアクリレート系、ポリウレタン系、ポリエーテル
系、ポリエステル系、ポリエステルウレタン系分散剤から選択される少なくとも
1種であることを特徴とする請求項1または2記載の热線遮蔽材分散体。

【請求項4】

上記6ホウ化物が、シラン化合物、チタン化合物、ジルコニア化合物から選択
される少なくとも1種によって被覆表面処理されていることを特徴とする請求項
1～請求項3のいずれかに記載の热線遮蔽材分散体。

【請求項5】

有機溶剤に6ホウ化物($X\text{B}_6$, 但し、Xは、Y、La、Ce、Pr、Nd、
Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Lu、SrおよびC
aから選択される少なくとも1種以上)が分散された分散液に、高分子系分散剤
を、上記6ホウ化物1重量部に対し高分子系分散剤0.3重量部以上50重量部

未満の配合割合で添加した後、上記有機溶剤を除去することを特徴とする熱線遮蔽材分散体の製造方法。

【請求項6】

100°C以下の減圧条件で上記有機溶剤を除去することを特徴とする請求項5記載の熱線遮蔽材分散体の製造方法。

【請求項7】

請求項5または6に記載の方法より製造されたことを特徴とする請求項1～請求項4のいずれかに記載の熱線遮蔽材分散体。

【請求項8】

有機溶剤に請求項1～請求項4および請求項7のいずれかに記載の熱線遮蔽材分散体を添加してその高分子系分散剤成分を溶解すると共に、バインダー成分を添加して得られることを特徴とする6ホウ化物が分散された熱線遮蔽膜形成用塗布液。

【請求項9】

請求項8記載の熱線遮蔽膜形成用塗布液を基材に塗布して得られることを特徴とする熱線遮蔽膜。

【請求項10】

請求項1～請求項4および請求項7のいずれかに記載の熱線遮蔽材分散体を熱可塑性樹脂成形材料により希釈・混練し、かつ、所定の形状に成形することによって得られることを特徴とする熱線遮蔽樹脂成形体。

【請求項11】

上記熱可塑性樹脂成形材料が、ポリカーボネート系樹脂、ポリ(メタ)アクリル酸エステル系樹脂、飽和ポリエステル樹脂、環状オレフィン系樹脂、ポリイミド系樹脂、ポリエーテルスルfonyl系樹脂およびフッ素系樹脂から選択される少なくとも1種であることを特徴とする請求項10記載の熱線遮蔽樹脂成形体。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、熱線遮蔽材が分散された熱線遮蔽樹脂成形体、あるいは、熱線遮蔽

材が分散された熱線遮蔽膜形成用塗布液をガラス、樹脂など各種透明基材に塗布して形成される熱線遮蔽膜等の熱線遮蔽製品を製造するために使用される熱線遮蔽材分散体とその製造方法に係り、特に、輸送時において危険物としての様々な制限を受けることなくしかも保管時において熱線遮蔽材の凝集に起因した沈殿物の発生等も起こり難い熱線遮蔽材分散体とその製造方法およびこの分散体を用いて得られる熱線遮蔽膜形成用塗布液と熱線遮蔽膜並びに熱線遮蔽樹脂成形体に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

【0003】

【特許文献1】

特開昭61-277437号公報（請求項1、第1図）

【特許文献2】

特開平10-146919号公報（請求項1）

【特許文献3】

特開2001-179887号公報（請求項1）

【特許文献4】

特開平6-256541号公報（請求項1）

【特許文献5】

特開平6-264050号公報（請求項1）

【特許文献6】

特開平5-78544号公報（請求項1）

【特許文献7】

特開平2-173060号公報（請求項1）

【特許文献8】

特開平11-181336号公報（請求項1、請求項3～4）

【特許文献9】

特開2000-96034号公報（請求項1～5、請求項9～10）

【特許文献10】

特開2000-169765号公報（請求項1～6）

【0004】

各種建築物や車両の窓、ドア等のいわゆる開口部分から入射する太陽光線には可視光線の他に紫外線や赤外線が含まれている。この太陽光線に含まれている赤外線のうち波長800～2500nmの近赤外線は熱線と呼ばれ、開口部分から進入することにより室内の温度を上昇させる原因になる。これを解消するため、近年、各種建築物や車両の窓材等の分野では、可視光線を十分に取り入れながら熱線を遮蔽し、明るさを維持しつつ室内の温度上昇を抑制する熱線遮蔽基材の需要が急増しており、熱線遮蔽基材に関する特許が多く提案されている。

【0005】

例えば、透明樹脂フィルムに、金属、金属酸化物を蒸着してなる熱線反射フィルムを、ガラス、アクリル板、ポリカーボネート板等の透明基材に接着した熱線遮蔽板（特許文献1～3の記載参照）が提案されている。しかし、熱線反射フィルム自体が非常に高価でかつ接着工程等の煩雑な工程を要するため高コストとなる欠点を有する。また、透明基材と熱線反射フィルムの接着性が良くないので、経時変化によりフィルムの剥離が生じるといった欠点も有している。また、透明基材表面に、金属あるいは金属酸化物を直接蒸着してなる熱線遮蔽板も数多く提案されている。しかし、この熱線遮蔽板の製造に際しては高真空や精度の高い雰囲気制御を要す装置が必要となるため、量産性が悪く、汎用性に乏しいという問題を有している。

【0006】

この他、例えば、ポリエチレンテレフタレート樹脂、ポリカーボネート樹脂、アクリル樹脂、ポリエチレン樹脂、ポリスチレン樹脂等の熱可塑性透明樹脂に、フタロシアニン系化合物、アントラキノン系化合物に代表される有機近赤外線吸収剤を練り込んだ熱線遮蔽板およびフィルム（特許文献4～5の記載参照）が提案されている。しかし、十分に熱線を遮蔽するためには多量の近赤外線吸収剤を配合しなければならず、多量に配合すると可視光線透過能が低下してしまうという課題が残る。また、有機化合物を使用しているため、直射日光に常時さらされる建築物や車両の窓材等へ適用する場合には耐候性に難があり、必ずしも適当で

あるとは言えない。

【0007】

更に、例えば、アクリル樹脂、ポリカーボネート樹脂等の透明樹脂に、熱線反射能を有する酸化チタンあるいは酸化チタンで被覆されたマイカ等の無機粒子を練り込んだ熱線遮蔽板（特許文献6～7の記載参照）も提案されているが、これらのものでは、熱線遮蔽能を高めるために熱線反射粒子を多量に添加する必要があり、熱線反射粒子の配合量の増大に伴って可視光線透過能が低下してしまう。また、熱線反射粒子の添加量を少なくすると可視光線透過能は高まるものの熱線遮蔽能が低下してしまい、熱線遮蔽能と可視光線透過能を同時に満足させることが困難な問題があった。更に、熱線反射粒子を多量に配合すると、基材である透明樹脂の物性、特に耐衝撃強度や韌性が低下するという強度面からの問題も有している。

【0008】

このような技術的背景の下、本出願人は、自由電子を多量に保有する6ホウ化物に着目し、この6ホウ化物を熱線遮蔽成分として有機溶剤に分散させると共に各種バインダーを添加して構成された熱線遮蔽膜形成用塗布液、およびこの塗布液を各種透明基材に塗布後、硬化して得られる熱線遮蔽膜等を提案している（特許文献8～10の記載参照）。

【0009】

しかしながら、これら発明においては熱線遮蔽成分としての6ホウ化物微粒子が有機溶剤に分散された形態を前提として構成される関係上、熱線遮蔽膜形成用塗布液は消防法上の危険物として取り扱われ、熱線遮蔽膜形成用塗布液の輸送時において様々な制限を受けて輸送コストが割高となる問題があった。

【0010】

また、熱線遮蔽成分としての6ホウ化物微粒子が有機溶剤に分散された分散体を長期間保管したとき、微粒子のブラウン運動により微粒子同士の凝集が起こり易く、沈殿物が生じてしまう場合もあった。

【0011】

更に、透明樹脂材料に6ホウ化物微粒子を練り込んで成形する場合、6ホウ化

物微粒子が有機溶剤に分散された状態でこの溶剤を除去しつつ均一に6ホウ化物微粒子を透明樹脂材料に練り込む必要があるため、使用する装置や工程が複雑になつて必ずしも最適な方法とは言えない問題があつた。

【0012】

【発明が解決しようとする課題】

本発明はこのような問題点に着目してなされたもので、その課題とするところは、輸送時において危険物としての様々な制限を受けることなくしかも保管時ににおいて熱線遮蔽材の凝集に起因した沈殿物の発生等も起こり難い熱線遮蔽材分散体とその製造方法およびこの分散体を用いて得られる熱線遮蔽膜形成用塗布液と熱線遮蔽膜並びに熱線遮蔽樹脂成形体を提供することにある。

【0013】

【課題を解決するための手段】

このような課題を解決するため本発明者が鋭意検討を重ねた結果、熱線遮蔽成分としての6ホウ化物微粒子を有機溶剤ではない高分子系分散剤に均一に分散させる方法を見出すと共に、この方法により高分子系分散剤に6ホウ化物微粒子が均一に分散された熱線遮蔽材分散体を得るに至つた。本発明はこのような技術的発見に基づき完成されたものである。

【0014】

すなわち、請求項1に係る発明は、

熱線遮蔽製品を製造するために使用される熱線遮蔽材分散体を前提とし、

6ホウ化物(XB₆、但し、Xは、Y、La、Ce、Pr、Nd、Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Lu、SrおよびCaから選択される少なくとも1種以上)とこの6ホウ化物を分散させる高分子系分散剤とを主成分とし、かつ、熱線遮蔽材である6ホウ化物に対する高分子系分散剤の配合割合が、6ホウ化物1重量部に対し高分子系分散剤0.3重量部以上50重量部未満であることを特徴し、

請求項2に係る発明は、

請求項1記載の発明に係る熱線遮蔽材分散体を前提とし、

上記6ホウ化物が、平均粒径1000nm以下の微粒子であることを特徴とし

請求項3に係る発明は、

請求項1または2記載の発明に係る熱線遮蔽材分散体を前提とし、

上記高分子系分散剤が、ポリアクリレート系、ポリウレタン系、ポリエーテル系、ポリエステル系、ポリエステルウレタン系分散剤から選択される少なくとも1種であることを特徴とし、

請求項4に係る発明は、

請求項1～請求項3のいずれかに記載の発明に係る熱線遮蔽材分散体を前提とし、

上記6ホウ化物が、シラン化合物、チタン化合物、ジルコニア化合物から選択される少なくとも1種によって被覆表面処理されていることを特徴とするものである。

【0015】

次に、請求項5～7に係る発明は熱線遮蔽材分散体の製造方法とこの方法によって得られた熱線遮蔽材分散体に関する。

【0016】

すなわち、請求項5に係る発明は、

熱線遮蔽材分散体の製造方法を前提とし、

有機溶剤に6ホウ化物($X\text{B}_6$, 但し、Xは、Y、La、Ce、Pr、Nd、Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Lu、SrおよびCaから選択される少なくとも1種以上)が分散された分散液に、高分子系分散剤を、上記6ホウ化物1重量部に対し高分子系分散剤0.3重量部以上50重量部未満の配合割合で添加した後、上記有機溶剤を除去することを特徴とし、

請求項6に係る発明は、

請求項5記載の発明に係る熱線遮蔽材分散体の製造方法を前提とし、

100℃以下の減圧条件で上記有機溶剤を除去することを特徴とし、

請求項7に係る発明は、

請求項1～請求項4のいずれかに記載の熱線遮蔽材分散体を前提とし、

この熱線遮蔽材分散体が請求項5または6に記載の方法より製造されたことを

特徴とするものである。

【0017】

次に、請求項8～9に係る発明は熱線遮蔽膜形成用塗布液と熱線遮蔽膜に関する。

【0018】

すなわち、請求項8に係る発明は、

熱線遮蔽膜を形成する熱線遮蔽膜形成用塗布液を前提とし、

有機溶剤に請求項1～請求項4および請求項7のいずれかに記載の熱線遮蔽材分散体を添加してその高分子系分散剤成分を溶解すると共に、バインダー成分を添加して得られることを特徴とし、

請求項9に係る発明は、

熱線遮蔽膜を前提とし、

請求項8記載の熱線遮蔽膜形成用塗布液を基材に塗布して得られることを特徴とするものである。

【0019】

また、請求項10～11に係る発明は熱線遮蔽樹脂成形体に関する。

【0020】

すなわち、請求項10に係る発明は、

熱線遮蔽樹脂成形体を前提とし、

請求項1～請求項4および請求項7のいずれかに記載の熱線遮蔽材分散体を熱可塑性樹脂成形材料により希釈・混練し、かつ、所定の形状に成形することによって得られることを特徴とし、

請求項11に係る発明は、

請求項10記載の発明に係る熱線遮蔽樹脂成形体を前提とし、

上記熱可塑性樹脂成形材料が、ポリカーボネート系樹脂、ポリ(メタ)アクリル酸エステル系樹脂、飽和ポリエステル樹脂、環状オレフィン系樹脂、ポリイミド系樹脂、ポリエーテルスルfonyl系樹脂およびフッ素系樹脂から選択される少なくとも1種であることを特徴とするものである。

【0021】

【発明の実施の形態】

以下、本発明の実施の形態について詳細に説明する。

【0022】

まず、本発明に係る熱線遮蔽材分散体は、6ホウ化物($X B_6$)微粒子が有機溶剤ではない高分子系分散剤に均一に分散されていることを特徴とする。

【0023】

そして、この熱線遮蔽材分散体については、有機溶剤に6ホウ化物($X B_6$)微粒子が分散された分散液に、高分子系分散剤を添加し、次いで有機溶剤を除去することにより得ることができる。

【0024】

本発明に適用される6ホウ化物($X B_6$)としては、6ホウ化イットリウム($Y B_6$)、6ホウ化ランタン($L a B_6$)、6ホウ化セリウム($C e B_6$)、6ホウ化プラセオジム($P r B_6$)、6ホウ化ネオジム($N d B_6$)、6ホウ化サマリウム($S m B_6$)、6ホウ化ユーロピウム($E u B_6$)、6ホウ化ガドリニウム($G d B_6$)、6ホウ化テルビウム($T b B_6$)、6ホウ化ディスプロシウム($D y B_6$)、6ホウ化ホルミウム($H o B_6$)、6ホウ化エルビウム($E r B_6$)、6ホウ化ツリウム($T m B_6$)、6ホウ化イッテルビウム($Y b B_6$)、6ホウ化ルチウム($L u B_6$)、6ホウ化ストロンチウム($S r B_6$)、6ホウ化カルシウム($C a B_6$)、6ホウ化ランタンセリウム $[(L a, C e) B_6]$ などがその代表的なものとして挙げられる。

【0025】

また、本発明で適用される6ホウ化物の微粒子としては、その表面が酸化していないことが好ましいが通常は僅かに酸化していることが多い、また、微粒子の分散工程で表面の酸化が起こることはある程度避けられない。しかし、その場合でも熱線遮蔽効果を発現する有効性に変わりはなく、従って、表面が酸化された6ホウ化物の微粒子も使用することが可能である。

【0026】

また、これらの6ホウ化物微粒子は、結晶としての完全性が高いほど大きい熱線遮蔽効果が得られるが、結晶性が低くX線回折でブロードな回折ピークを生じ

るようなものであっても、微粒子内部の基本的な結合が各金属とホウ素の結合から成り立っているものであるならば熱線遮蔽効果を発現するため、本発明において適用することが可能である。

【0027】

また、これらの6ホウ化物微粒子は、灰黒色、茶黒色、緑黒色など有色の粉末であるが、粒径を可視光波長に比べて十分小さくして熱線遮蔽樹脂成形体あるいは熱線遮蔽膜に分散させた状態とすれば、これ等熱線遮蔽樹脂成形体あるいは熱線遮蔽膜の熱線遮蔽透明樹脂基材に可視光透過性が生じる。しかしながら、赤外光遮蔽能は十分強く保持できる。この理由は詳細には理解されていないが、これら微粒子中の自由電子の量が多く、微粒子内部及び表面の自由電子によるプラズモン共鳴、および一部のバンド間接遷移の吸収エネルギーが丁度可視から近赤外の付近にあるために、この波長領域の熱線が選択的に反射・吸収されると考えられる。

【0028】

実験によれば、これら微粒子を十分細かくかつ均一に分散した膜では、透過率が波長400nm～700nmの間に極大値を持ち、かつ、波長700nm～1800nmの間に極小値を持ち、更にこれらの透過率の極大値と極小値の差が15ポイント以上であることが観察されている。可視光波長が380nm～780nmであり、視感度が550nm付近をピークとする釣鐘型であることを考慮すると、このような熱線遮蔽樹脂成形体あるいは熱線遮蔽膜では可視光を有効に透過し、それ以外の熱線を有効に反射・吸収する特性を有する。

【0029】

ここで、上記6ホウ化物微粒子の単位重量当たりの熱線遮蔽能力は非常に高く、赤外線カットオフ粉末として利用される錫ドープ酸化インジウム（ITO）やアンチモンドープ酸化錫（ATO）と比較して、30分の1以下の使用量でその効果を發揮することが確認されている。このため、全微粒子の使用量を大幅に削減できるので、熱線遮蔽樹脂成形体あるいは熱線遮蔽膜に熱線遮蔽粒子を多量に配合したときに発生する成形体あるいは膜の物性の低下、特に、耐衝撃強度や韌性が低下するという強度面からの問題を解消することが可能となる。更に、6ホ

ウ化物微粒子は使用量を増すと可視光領域に吸収があるために、その添加量を制御することで可視光領域の吸収を自由に制御でき、明るさ調整やプライバシー保護部品等への応用も可能となる。

【0030】

次に、本発明で使用する6ホウ化物微粒子の粒径は熱線遮蔽成分として機能する限り任意であるが、好ましくは1000nm以下、より好ましくは200nm以下がよい。粒子径が1000nmよりも大きい微粒子若しくは微粒子が凝集した粗大粒子は、成形した熱線遮蔽樹脂成形体あるいは熱線遮蔽膜の光散乱源となって成形体あるいは膜が曇って見えるようになるからである。但し、透光性屋根材などは、透明性よりも不透明な光透過性を要求されることがあり、その場合は粒径を大きくして散乱を助長する構成が好ましいが、1000nmより大きくなると熱線遮蔽能そのものが減衰することがあるため、1000nm以下が好ましい。

【0031】

また、本発明で使用する6ホウ化物微粒子は、その表面をシラン化合物、チタン化合物、ジルコニア化合物などによって被覆処理されているものを使用することが可能である。これ等化合物で微粒子表面を被覆処理することで6ホウ化物の耐水性を向上させることが可能となる。

【0032】

次に、本発明に使用される高分子系分散剤としては、6ホウ化物を分散剤中に均一に分散させることができ、かつ、可視光領域の光線透過率が高い高分子系分散剤であれば特に制限はない。具体的には、ポリアクリレート系分散剤、ポリウレタン系分散剤、ポリエーテル系分散剤、ポリエステル系分散剤、ポリエスチルウレタン系分散剤等を挙げることができる。尚、高分子系分散剤の常温での状態は、液体、固体、ゲル状のいずれの場合も使用可能である。また、上記高分子系分散剤の一部を変性し、無機微粒子の分散性を向上させたものを使用することも可能である。

【0033】

また、高分子系分散剤の上記6ホウ化物に対する配合割合は、6ホウ化物の分

散粒径にも依存するが、6ホウ化物1重量部に対して、0.3重量部以上50重量部未満であり（請求項1、請求項5）、好ましくは1重量部以上30重量部未満、より好ましくは3重量部以上30重量部未満である。6ホウ化物1重量部に対して高分子系分散剤の配合割合が0.3重量部未満であると、熱線遮蔽材分散体を製造する際の有機溶剤を除去する過程において6ホウ化物微粒子同士の凝集が生じ、分散剤中の分散が不十分となり、この結果、得られた熱線遮蔽材分散体を有機溶剤に添加してその高分子系分散剤を溶解させても、6ホウ化物が有機溶剤に均一に分散した分散液が得られない可能性がある。また、得られた熱線遮蔽材分散体を熱可塑性樹脂成形材料により希釈・混練し、所定の形状に成形した樹脂成形体の場合ではヘイズ値が上昇する可能性もある。反対に、6ホウ化物1重量部に対して高分子系分散剤の配合割合が50重量部以上であると、得られた熱線遮蔽材分散体を用いて上記同様の方法で成形した樹脂成形体の中に多量の高分子系分散剤が含有されることになるため、樹脂成形体自身の物性、特に耐衝撃強度や韌性が低下するという問題を生じる可能性がある。

【0034】

次に、本発明に係る熱線遮蔽材分散体を製造する際に適用される有機溶剤としては、アルコール、エステル、ケトン、エーテル、芳香族化合物などを挙げることができるが、熱線遮蔽材分散体の製造段階において有機溶剤を除去するときの効率を考慮した場合、その沸点が200°C以下の有機溶剤が好ましい。

【0035】

本発明に係る熱線遮蔽材分散体を製造する際、6ホウ化物微粒子を有機溶剤に分散させる方法は、微粒子が均一に有機溶剤に分散する方法であれば任意であり、例えば、ビーズミル、ボールミル、サンドミル、超音波分散などの方法が挙げられ、これ等方法により6ホウ化物微粒子が任意の有機溶剤に分散した6ホウ化物微粒子分散液を調製することができる。

【0036】

また、本発明に係る熱線遮蔽材分散体を製造する際、上記有機溶剤を除去する方法としては100°C以下の減圧条件であることが望ましい。100°C以上の高温で乾燥させた場合、高分子系分散剤の分解、あるいは重合が起こり、得られた

熱線遮蔽材分散体の有機溶剤、熱可塑性樹脂成形材料への分散性が悪化する可能性がある。また、常圧条件で溶剤を除去することも可能であるが、有機溶剤を除去するための時間がかかり、生産効率が悪く、工業的に適した方法とは言えない。従って、熱線遮蔽材分散体の生産性と特性を考慮すると、有機溶剤の除去方法としては、100°C以下の減圧条件で行なうことが望ましい。

【0037】

次に、本発明に係る熱線遮蔽材分散体を用いて熱線遮蔽樹脂成形体を得る場合に適用される熱可塑性樹脂成形材料としては、可視光領域の光線透過率が高い透明な熱可塑性樹脂であれば特に制限はなく、例えば、3mm厚の板状成形体としたときのJIS R 3106記載の可視光透過率が50%以上で、JIS K 7105記載のヘイズが30%以下のものが挙げられる。具体的には、ポリカーボネート系樹脂、ポリ(メタ)アクリル酸エステル系樹脂、飽和ポリエステル樹脂、環状オレフィン系樹脂、ポリイミド系樹脂、ポリスチレン樹脂、ポリエーテルスルフォン系樹脂、フッ素系樹脂等を挙げることができる。

【0038】

そして、本発明に係る熱線遮蔽材分散体を熱可塑性樹脂成形材料で希釈・混練し所定の形状に成形することで得られる熱線遮蔽樹脂成形体を、各種建築物や車両の窓材等に適用することを目的とした場合、透明性、耐衝撃性、耐候性などを考慮すると、ポリ(メタ)アクリル酸エステル系樹脂、ポリカーボネート系樹脂、ポリイミド系樹脂、フッ素系樹脂などがより好ましい。また、ポリカーボネート系樹脂としては、芳香族ポリカーボネートが好ましい。芳香族ポリカーボネートとしては、2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン、2,2-ビス(3,5-ジブロモ-4-ヒドロキシフェニル)プロパンに代表される二価のフェノール系化合物の1種以上と、ホスゲン又はジフェニルカーボネート等で代表されるカーボネート前駆体とから、界面重合、溶融重合または固相重合等の公知の方法によって得られる重合体が挙げられる。また、ポリ(メタ)アクリル酸エステル系樹脂としては、メチルメタクリレート、エチルメタクリレート、プロピルメタクリレート、ブチルメタクリレートを主原料とし、必要に応じて炭素数炭素数1~8のアルキル基を有するアクリル酸エステル、酢酸ビニル、スチレン、

アクリロニトリル、メタクリロニトリル等を共重合成分として用いた重合体または共重合体が挙げられる。また、更に多段で重合したアクリル樹脂を用いることもできる。フッ素系樹脂としては、ポリフッ化エチレン、ポリ2フッ化エチレン、ポリ4フッ化エチレン、エチレン-2フッ化エチレン共重合体、エチレン-4フッ化エチレン共重合体、4フッ化エチレン-バーフルオロアルコキシエチレン共重合体などが挙げられる。

【0039】

また、上記熱線遮蔽樹脂成形体を得る場合の本発明に係る熱線遮蔽材分散体と熱可塑性樹脂成形材料との混練方法は、熱可塑性樹脂成形材料中に6ホウ化物微粒子が均一に分散できる方法であれば任意に選択できる。例えば、上記熱線遮蔽材分散体と熱可塑性樹脂成形材料のペレットあるいは粉粒体および必要に応じて他の添加剤を、リボンブレンダー、タンブラー、ナウターミキサー、ヘンシェルミキサー、スーパーミキサー、プラネタリーミキサー等の混合機、およびバンパリーミキサー、ニーダー、ロール、ニーダールーダー、一軸押出機、二軸押出機等の混練機を使用して溶融混合する方法を用いることができる。

【0040】

また、本発明に係る熱線遮蔽樹脂成形体は、上記熱線遮蔽材分散体を熱可塑性樹脂成形材料により希釈・混練して得られる溶融混合物を公知の方法で成形することにより作製することができる。また、上記混合物を造粒装置により一旦ペレット化した後、同様の方法で熱線遮蔽樹脂成形体を作製することもできる。上記熱線遮蔽樹脂成形体の形状は、必要に応じて任意の形状に成形可能であり、平面状および曲面状に成形することができる。また、上記熱線遮蔽樹脂成形体の厚さは、板状からフィルム状まで必要に応じて任意の厚さに調整することが可能である。さらに平面状態に形成した樹脂シートは、後加工によって球面状等任意の形状に成形することができる。

【0041】

上記熱線遮蔽樹脂成形体の成形方法としては、射出成形、押出成形、圧縮成形または回転成形等の任意の方法を挙げることができる。特に、射出成形により成形品を得る方法と、押出成形により成形品を得る方法が好適に採用される。押出

成形により板状、フィルム状の成形品を得る方法として、Tダイなどの押出機を用いて押出した溶融熱可塑性樹脂を冷却ロールで冷却しながら引き取る方法が挙げられる。上記射出成形品は、自動車の窓ガラスやルーフ等の車体に好適に使用され、押出成形により得られた板状、フィルム状の成形品は、アーケードやカーポート等の建造物に好適に使用される。

【0042】

また、本発明に係る熱線遮蔽材分散体は、一般的な添加剤を配合することも可能である。例えば、必要に応じて任意の色調を与えるため、アゾ系染料、シアニン系染料、キノリン系、ペリレン系染料、カーボンブラック等一般的に熱可塑性樹脂の着色に利用されている染料、顔料の他、ヒンダードフェノール系、リン系等の安定剤、離型剤、ヒドロキシベンゾフェノン系、サリチル酸系、HALS系、トリアゾール系、トリアジン系等の紫外線吸収剤、カップリング剤、界面活性剤、帯電防止剤等が挙げられ、これらの有効発現量を配合して使用する。

【0043】

次に、本発明に係る熱線遮蔽膜形成用塗布液は、有機溶剤に本発明の熱線遮蔽材分散体を添加してその高分子系分散剤を溶解すると共に6ホウ化物を均一に分散させ、かつ、バインダー成分を添加することにより得られる。この有機溶剤としては、使用している高分子系分散剤が溶解する溶剤であれば任意に選択でき、上述したアルコール、エステル、ケトン、エーテル、芳香族化合物などを挙げることができる。

【0044】

上記バインダー成分としては、無機または有機樹脂のバインダー成分を加えることが一般的である。無機系のバインダーとして、例えば、珪素、ジルコニウム、チタン、アルミニウムの各金属のアルコキシド若しくはこれら金属の部分加水分解重合物が挙げられる。また、有機樹脂としては、アクリル系樹脂、熱可塑性ポリウレタン系樹脂、ポリアミド系樹脂、ポリエステル系ウレタン樹脂、アクリル系ウレタン樹脂、ポリエステル樹脂など従来公知のものを広く使用することができる。これらのバインダー成分は、塗布、硬化後に得られる熱線遮蔽膜の基材への接着性を向上させ、更に塗布膜の硬度を向上させる効果がある。また、この

ようにして得られた熱線遮蔽膜上に、更に上記バインダー成分のような無機又は有機樹脂を含有する皮膜を第2層として被着することで熱線遮蔽膜の基材への結着力や、塗布膜の硬度及び耐候性を一層向上させることも可能となる。

【0045】

そして、本発明に係る熱線遮蔽膜形成用塗布液の塗布方法としては特に限定されるものではなく、スピンドルコート法、スプレーコート法、ディップコート法、スクリーン印刷法、ロールコート法、流し塗り、刷毛塗りなど、塗布液を平坦かつ薄く均一に塗布できる方法であれば如何なる方法でも採用可能である。

【0046】

このように6ホウ化物微粒子を高分子系分散剤に分散して熱線遮蔽材分散体を構成させることにより、有機溶剤に6ホウ化物が直接分散された従来の分散液と相違して、本発明に係る熱線遮蔽材分散体は消防法上の非危険物として取り扱われるため、輸送や保存時における制限が低減される。また、有機溶剤に6ホウ化物微粒子が分散された従来の分散液に見られる長期保存による6ホウ化物微粒子の沈殿生成の問題も解決され、取り扱い上の不便さも改善される。

【0047】

そして、熱線遮蔽成分としての6ホウ化物微粒子が高分子系分散剤に均一に分散した熱線遮蔽材分散体を用いることにより、優れた可視光線透過能を維持しつつ高い熱線遮蔽機能を有する熱線遮蔽樹脂成形体、および、熱線遮蔽機能をガラスや樹脂などの透明基材に付与するための熱線遮蔽膜形成用塗布液並びに熱線遮蔽膜について高コストの物理的成膜法や複雑な工程を用いることなく作製することが可能となる。

【0048】

【実施例】

以下、本発明の実施例について具体的に説明するが、本発明は以下の実施例により何ら制限されるものでない。また、以下の実施例は、6ホウ化ランタンを適用した例のみを記載しているが、本出願人が提案している上記特許文献9に記載された実施例群と同様に、他の6ホウ化物についても6ホウ化ランタンと同様の効果が得られることを確認している。

【0049】

[実施例1]

平均粒径6.7nmの6ホウ化ランタン微粒子75g、トルエン850gおよび分散剤(ポリアクリレート系高分子系分散剤)適量を混合し、直径0.3mmのジルコニアビーズを用いて5時間ビーズミル混合し、6ホウ化ランタン微粒子分散液(LaB₆濃度:6.5重量%)を調製した(分散液A)。

【0050】

更に、上記分散液A500gに、ポリアクリレート系高分子系分散剤溶液(固体分60重量%、トルエン40重量%)700gを添加し、攪拌しながら60℃の減圧下で溶剤を完全に除去し、実施例1に係る熱線遮蔽材分散体(LaB₆濃度:6.4重量%)を得た(熱線遮蔽材分散体A)。

【0051】

尚、高分子系分散剤の配合割合は、LaB₆1重量部に対して12.9重量部である。

【0052】

次に、得られた熱線遮蔽材分散体Aを熱可塑性樹脂であるポリカーボネート樹脂パウダーにLaB₆濃度が0.007重量%となるように添加し、ブレンダーで均一に混合した後、二軸押出機で熔融混練し、Tダイを用いて厚さ2.0mmに押出成形し、6ホウ化ランタン微粒子が樹脂全体に均一に分散した熱線遮蔽透明樹脂成形体を得た。この透明樹脂成形体の光学特性を以下の表1に示す。

【0053】

尚、作製した熱線遮蔽透明樹脂成形体の分光特性は日立製作所製の分光光度計U-4000を用いて測定し、JIS R3106に従って可視光透過率、日射透過率を算出した。表1には実施例1~5、比較例1で得られた熱線遮蔽透明樹脂成形体の特性についても併せて示す。

【0054】

[実施例2]

熱可塑性樹脂としてアクリル樹脂を使用した以外は実施例1と同様の方法により熱線遮蔽材分散体A、アクリル樹脂パウダーを表1の組成となるように添加し

、6ホウ化ランタン微粒子が樹脂全体に均一に分散した熱線遮蔽透明樹脂成形体を得た。この透明樹脂成形体の光学特性も表1に示す。

【0055】

[実施例3]

熱可塑性樹脂としてポリエチレンテレフタレート樹脂を使用した以外は実施例1と同様の方法により熱線遮蔽材分散体A、ポリエチレンテレフタレート樹脂ペレットを表1の組成になるように添加し、6ホウ化ランタン微粒子が樹脂全体に均一に分散した熱線遮蔽透明樹脂成形体を得た。この透明樹脂成形体の光学特性も表1に示す。

【0056】

[実施例4]

熱可塑性樹脂としてETFA(エチレン-4フッ化エチレン共重合体)樹脂樹脂を使用した以外は実施例1と同様の方法により熱線遮蔽材分散体A、ETFA樹脂ペレットを表1の組成になるように添加し、6ホウ化ランタン微粒子が樹脂全体に均一に分散した熱線遮蔽透明樹脂成形体を得た。この透明樹脂成形体の光学特性も表1に示す。

【0057】

[実施例5]

実施例1と同様の方法で得られた分散液A950gにメチルトリメトキシシリコン18gを添加し、メカニカルスターラーで1時間攪拌し混合した後、スプレードライヤーを用いてトルエンを除去し、表面処理を施した6ホウ化ランタン微粒子粉を得た(A粉)。

【0058】

次に、A粉50g、トルエン500gおよび分散剤(ポリエステル系高分子系分散剤)適量を混合し、直径0.3mmのジルコニアビーズを用いて1時間ビーズミル混合し、6ホウ化ランタン微粒子分散液(LaB₆濃度:7重量%)を調製した(分散液B)。

【0059】

更に、分散液B500gにポリエステル系高分子系分散剤溶液(固形分80重

量%、トルエン20重量%) 700gを添加し、攪拌しながら60℃の減圧下で溶剤を完全に除去し、熱線遮蔽材分散体(LaB₆濃度:5.5重量%)を得た(熱線遮蔽材分散体B)。尚、高分子系分散剤の配合割合は、LaB₆1重量部に対して16重量部である。

【0060】

そして、実施例1と同様の方法により熱線遮蔽材分散体B、ポリカーボネート樹脂パウダーを表1の組成になるように添加し、6ホウ化ランタン微粒子が樹脂全体に均一に分散した熱線遮蔽透明樹脂成形体を得た。この透明樹脂成形体の光学特性も表1に示す。

【0061】

【実施例6】

実施例1と同様の方法で得られた熱線遮蔽材分散体AをトルエンにLaB₆濃度が2.0重量%となるように添加し、マグネティックスターラーで1時間攪拌し、LaB₆微粒子がトルエンに均一に分散した6ホウ化ランタン微粒子分散液(分散液C)を作製した。

【0062】

次に、得られた分散液Cをアクリル系UV硬化樹脂溶液(樹脂40重量%、硬化剤5重量%、トルエン50重量%)にLaB₆濃度が0.5重量%となるように添加し、熱線遮蔽膜形成用塗布液を作製した(塗布液A)。

【0063】

そして、この塗布液Aを3mm厚のソーダライムガラス上にバーコーターN○.24を使用して塗布し、その後100℃で2分間乾燥し、所定のUV光を照射してガラス上に熱線遮蔽透明膜を得た。

【0064】

この熱線遮蔽透明膜の光学特性は、可視光透過率が68.5%、日射透過率が47.2%であった。

【0065】

【実施例7】

平均重合度で4~5量体である多摩化学工業株式会社製エチルシリケート40

を10g、エタノール27g、5%塩酸水溶液8g、水5gにより調製したエチルシリケート溶液を良く混合・攪拌して、エチルシリケート混合液50gを調製した（シリケート液A）。

【0066】

次に、実施例1と同様の方法で得られた熱線遮蔽材分散体Aを、エタノールにLaB₆濃度が2.0重量%となるように添加し、マグネティックスターラーで1時間攪拌し、LaB₆微粒子がエタノールに均一に分散した6ホウ化ランタン微粒子分散液（分散液D）を調製した。

【0067】

次いで、シリケート液Aと分散液Dを混合し、さらにジアセトンアルコールで希釈して、LaB₆濃度が0.5重量%、SiO₂濃度が2.5重量%となるよう熱線遮蔽膜形成用塗布液を作製した（塗布液B）。

【0068】

この塗布液Bを0.1mm厚のPETフィルム上にバーコーターNo.24を使用して塗布し、その後100℃で30分間加熱し、PETフィルム上に熱線遮蔽透明膜を得た。

【0069】

この熱線遮蔽透明膜の光学特性は、可視光透過率が68.2%、日射透過率が46.8%であった。

【0070】

[比較例1]

実施例1と同様の方法により得られた分散液A500gに、ポリアクリレート系高分子系分散剤溶液（固形分60重量%、トルエン40重量%）15.71gを添加し、攪拌しながら60℃の減圧下条件で溶剤を完全に除去して熱線遮蔽材分散体（LaB₆濃度：40.5重量%）を得た（熱線遮蔽材分散体C）。尚、高分子系分散剤の配合割合は、LaB₆1重量部に対して0.29重量部である。

【0071】

そして、得られた熱線遮蔽材分散体Cを熱可塑性樹脂であるポリカーボーネー

ト樹脂パウダーにLaB₆濃度が0.007重量%となるように添加し、プレンダーで均一に混合した後、二軸押出機で熔融混練し、Tダイを用いて厚さ2.0mmに押出成形して熱線遮蔽樹脂成形体を得た。

【0072】

しかし、熱線遮蔽材分散体C作製時における高分子系分散剤の配合割合が、LaB₆1重量部に対して0.29重量部と少なかったため、LaB₆微粒子同士の凝集が起り、熱線遮蔽材分散体C中にLaB₆微粒子を均一に分散させことが出来ず、その結果、得られた熱線遮蔽樹脂成形体には粗粒がみられ、また、粗粒が光散乱源となって熱線遮蔽樹脂成形体が曇って見え透明ではなかった。

【0073】

尚、この熱線遮蔽樹脂成形体の光学特性も表1に示す。

【0074】

[比較例2]

比較例1と同様の方法により得られた熱線遮蔽材分散体Cを、トルエンにLaB₆濃度が2.0重量%となるように添加し、マグネティックスターラーで1時間攪拌したが、凝集したLaB₆微粒子の沈殿が見られ、6ホウ化ランタン微粒子を均一に分散した分散液は得られなかった。

【0075】

【表1】

	熱線遮蔽材分散体組成		熱線遮蔽透明樹脂成形体組成		成形体の厚み		光学特性(%)	
	使用した高分子分散剤	分散剤濃度(wt%)	使用樹脂	LaB6濃度(wt%)	のみ	可視光透過率	日射透過率	
実施例1 ポリアクリレート系	12.9	ポリカーボネート	0.007	2.0	71.1	47.7		
実施例2 ポリアクリレート系	12.9	アクリル	0.007	2.0	70.5	48		
実施例3 ポリアクリレート系	12.9	ポリエチレンテフラーート	0.07	0.2	72.1	48.5		
実施例4 ポリアクリレート系	12.9	エチレーン-4ツ化エチレン 共重合体	0.07	0.2	71.9	48.4		
実施例5 ポリエスチル系	16	ポリカーボネート	0.007	2.0	70.9	47.9		
比較例1 ポリアクリレート系	0.29	ポリカーボネート	0.007	2.0	75.6	53.9		

注)①熱線遮蔽材分散体組成における分散剤濃度の数値は、LaB6微粒子1重量部に対する重量部を示す。
 ②実施例5は、表面処理を施した6ホウ化ランタン微粒子を使用。

【0076】

【発明の効果】

請求項1～4記載の発明に係る熱線遮蔽材分散体によれば、

有機溶剤に6ホウ化物を直接分散させた従来の分散液と相違してこの熱線遮蔽材分散体は消防法上の非危険物として取り扱われるため輸送や保存時における制限が低減される効果を有する。また、有機溶剤に6ホウ化物微粒子が分散した従来の分散液に見られる長期保存による6ホウ化物微粒子の沈殿生成の問題も解決され、取り扱い上の不便さも改善される効果を有する。

【0077】

また、請求項5～6記載の発明に係る熱線遮蔽材分散体の製造方法によれば、

有機溶剤に6ホウ化物が分散された分散液に、高分子系分散剤を6ホウ化物1重量部に対し高分子系分散剤0.3重量部以上50重量部未満の配合割合で添加した後、上記有機溶剤を除去ため、請求項1～4および請求項7に係る熱線遮蔽材分散体を簡便、確実に製造することが可能となる。

【0078】

次に、請求項8記載の発明に係る熱線遮蔽膜形成用塗布液によれば、

本発明に係る熱線遮蔽材分散体を有機溶剤に添加してその高分子系分散剤成分を溶解すると共に、バインダー成分を添加して得られているため請求項9記載の熱線遮蔽膜を簡便に得ることが可能となり、

また、請求項10～11に係る熱線遮蔽樹脂成形体によれば、

本発明に係る熱線遮蔽材分散体を熱可塑性樹脂成形材料により希釈・混練し、かつ、所定の形状に成形することによって得られている。

【0079】

従って、上記熱線遮蔽膜あるいは熱線遮蔽樹脂成形体を、例えば、自動車、建物の窓、カーポート、アーケードなどに適用することで入射する太陽エネルギーを遮断し、冷房負荷や人の熱暑感を軽減できる効果を有すると共に省エネルギーにも役立ち、環境的にも有用性が高い効果を有する。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 輸送時において危険物としての様々な制限を受けることなく保管時に
おいて熱線遮蔽材の凝集に起因した沈殿物の発生等も起こり難い熱線遮蔽材分散
体とその製造方法、この分散体を用いて得られる熱線遮蔽膜形成用塗布液と熱線
遮蔽膜並びに熱線遮蔽樹脂成形体を提供すること。

【解決手段】 この熱線遮蔽材分散体は、6ホウ化物とこれを分散させる高分子
系分散剤とを主成分とし、6ホウ化物に対する高分子系分散剤の配合割合が、6
ホウ化物1重量部に対し0.3重量部以上50重量部未満であることを特徴とする。
また、熱線遮蔽材分散体の製造方法は、6ホウ化物が有機溶剤に分散された
分散液に、高分子系分散剤を6ホウ化物1重量部に対し0.3重量部以上50重
量部未満の配合割合で添加した後、上記有機溶剤を除去することを特徴とする。

【選択図】 なし

出願人履歴情報

識別番号 [000183303]

1. 変更年月日 1990年 8月 6日

[変更理由] 新規登録

住 所 東京都港区新橋5丁目11番3号
氏 名 住友金属鉱山株式会社